

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 084 153

A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 82111831.2

(51) Int. Cl.³: C 08 B 5/04

(22) Anmeldetag: 20.12.82

(30) Priorität: 04.01.82 DE 3200062

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
27.07.83 Patentblatt 83/30

(84) Benannte Vertragsstaaten:
CH FR GB IT LI SE

(71) Anmelder: WNC NITROCHEMIE GmbH

D-8361 Aschau(DE)

(72) Erfinder: Danz, Christian, Dipl.-Ing.
Weinbergstrasse 20
D-8251 Lauterbach(DE)

(72) Erfinder: Oversohl, Wilhelm, Dr.
Dresdner Strasse 34
D-5400 Koblenz-Karthause(DE)

(72) Erfinder: Stockmann, Gregor, Dipl.-Ing.
Rosenstrasse 54
D-8264 Waldkraiburg(DE)

(74) Vertreter: Lieck, Hans-Peter
Dipl.-Ing. H.-P. Lieck Patentanwalt Maximiliansplatz 10
D-8000 München 2(DE)

(54) Verfahren zum Herstellen von rieselfähiger Nitrocellulose mit erhöhtem Schüttgewicht.

(57) Zur Erhöhung des Schüttgewichtes wird Nitrocellulose im wasserfeuchten Zustand einer kurzzeitigen Druckeinwirkung bei erhöhter Temperatur unterworfen, indem sie durch den Spalt eines Walzenpaares geschickt wird, dessen Spaltweite auf einen kleinen Wert von maximal 0,5 mm, vorzugsweise 0,05 mm, eingestellt ist. Hierbei erfolgt eine Glättung der ursprünglich krausen Nitrocellulose-Fasern unter Aufrechterhaltung der Rieselfähigkeit der Nitrocellulose. Die erzielte Erhöhung des Schüttgewichtes bleibt auch erhalten, wenn die noch wasserfeuchte Nitrocellulose anschließend nach einem der üblichen Verdrängungs-Verfahren in lösemittelfeuchte Nitrocellulose überführt wird.

Best Available Copy

EP 0 084 153 A1

- 1 -

WNC-Nitrochemie GmbH

P 154 01 EP

05

B e s c h r e i b u n g

10 Verfahren zum Herstellen von rieselfähiger Nitrocellulose mit erhöhtem Schüttgewicht

15 Nitrocellulosen, die durch Nitrierung von Baumwollinterters und/oder Holzzellstoffen hergestellt werden, haben die bekannte Wattestruktur, d. h. die einzelnen Nitrocellulose-Fasern sind kraus, verdreht und ineinander
20 verwoben bzw. verhakt. Diese voluminöse Struktur hat zur Folge, daß das Schüttgewicht, d. h. die durch einfaches Schütten erzielbare Dichte, der Nitrocellulose klein ist. Typische Werte liegen, je nach Nitrocellulose-Typ, zwischen 180 und 360 g/l.

25 Durch das geringe Schüttgewicht sind die Versandkosten der Nitrocellulose stark belastet. Man hat deshalb schon auf verschiedene Weise versucht, zu einer Erhöhung des Schüttgewichtes von Nitrocellulose zu kommen, und zwar insbesondere der lösemittelfeuchten Nitrocellulose, weil es sich bei dieser um die übliche Handelsform der Nitrocellulose handelt. So hat man bereits
30 lösemittelfeuchte Nitrocellulose jeweils in größerer Menge in einen Hohlraum hineingestampft oder hineinge-
preßt und so eine Verdichtung erzielt. Dadurch wird

35

05 zwar das Schüttgewicht tatsächlich erhöht, gleichzeitig aber verwirren und verhaken sich die krausen, spiralförmigen Nitrocellulosefasern noch mehr. Will man dann die Nitrocellulose, z. B. in der Lackindustrie, verwenden, muß sie erst wieder auseinandergezupft werden. Die damit verbundene Arbeit macht die Vorteile der Schüttgewichtserhöhung wieder zunichte.

10 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein technisch einfach durchführbares Verfahren zur Erzeugung von Nitrocellulose anzugeben, die ein gegenüber den Werten üblicher Nitrocellulose erhöhtes Schüttgewicht hat und trotzdem wie übliche Nitrocellulose rieselfähig ist.

15 Diese Aufgabe ist erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man wasserfeuchte Nitrocellulose mit einem Wassergehalt von mindestens 10 % oder wäßrige Nitrocellulose-Pülpe mit einer Nitrocellulosekonzentration von mindestens 5
20 % als Ausgangsmaterial bei erhöhter Temperatur einer kurzzeitigen Druckeinwirkung zwischen zwei festen Flächen unterwirft, deren gegenseitiger Abstand bei der Druckeinwirkung maximal 0,5 mm beträgt, ohne die Nitrocellulose hierbei vollständig zu trocknen.

25 Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden die Nitrocellulosefasern gleichsam gebügelt und dadurch geglättet, so daß ihre krause, spiralförmige Struktur nach der Druckbehandlung weitgehend aufgehoben ist. Das
30 Ergebnis ist eine beträchtliche Erhöhung des Schüttgewichtes der Nitrocellulose. Gleichwohl hat die erhaltene Nitrocellulose eine ausgezeichnete Rieselfähigkeit; ihre Fasern sind nicht miteinander verklumpt

und sie fallen wie bei in üblicher Weise hergestellter Nitrocellulose auseinander. Maßgeblich für diesen Erfolg ist der angegebene sehr geringe gegenseitige Abstand zwischen den beiden Flächen, über welche die
05 Druckeinleitung in die Nitrocellulose bei der erfindungsgemäßen Behandlung erfolgt. Versuche haben jedenfalls gezeigt, daß bei einer Vergrößerung des Abstandes über den angegebenen Maximalwert hinaus keine nennenswerte Glättung der einzelnen Nitrocellulosefasern
10 mehr eintritt, sondern sich eine unerwünschte, papierartig verpreßte Nitrocellulose-"Folie" ausbildet.

Besonders gute Ergebnisse werden erzielt, wenn der gegenseitige Abstand der Flächen maximal 0,4 mm, vorzugsweise maximal 0,2 mm und ganz bevorzugt maximal
15 0,05 mm beträgt.

Die erhöhte Temperatur der behandelten wäßrigen Nitrocellulose erreicht man am einfachsten durch eine Beheizung mindestens einer der beiden festen Flächen, wobei
20 natürlich durch geeignete Ausbildung der Flächen z.B. aus Metall, sichergestellt sein muß, daß in der vergleichsweise kurzen Zeit des Kontaktes der Flächen mit der Nitrocellulose bei der Druckeinwirkung ein
25 ausreichender Wärmetransport in die Nitrocellulose stattfindet. Es hat sich ein Wert der erhöhten Arbeitstemperatur zwischen 50° C und 90° C, bevorzugt von ca. 80° C als besonders günstig erwiesen, wobei sich
30 die Obergrenze überwiegend nur nach Sicherheitsanforderungen richtet.

Als Ausgangsmaterial ist die wasserfeuchte Nitrocellulose für die erfindungsgemäße Behandlung dann besonders geeignet, wenn ihr Wassergehalt 28 bis 32 % beträgt. Die als Ausgangsmaterial ebenfalls einsetzbare, gegenüber der wasserfeuchten Nitrocellulose aber nicht bevorzugte wäßrige Nitrocellulose-Pülpe sollte vorzugsweise eine Nitrocellulosekonzentration von 10 bis 20 % haben. Wesentlich für die erfindungsgemäße Behandlung ist es, daß die Nitrocellulosefasern wasserfeucht sind, und zwar auch noch nach Beendigung der Druck- und Temperatureinwirkung. Natürlich sinkt bei der Behandlung der Wassergehalt der Nitrocellulose um z. B. 10 bis 15 %-Punkte. Keinesfalls aber soll eine vollständige Trocknung der Nitrocellulose erreicht werden. Man wird also die Dauer der Druckeinwirkung, gegebenenfalls abgestimmt auf die angewandte erhöhte Temperatur, so festlegen, daß die Nitrocellulose auch nach der Druckeinwirkung noch wasserhaltig ist. Dies ist ohne weiteres möglich, da für die Erzielung des erfindungsgemäß gewünschten Glättungseffektes eine länger andauernde Druckeinwirkung in der Größenordnung von z. B. Minuten nicht erforderlich ist.

Hieran knüpft sich auch die sehr vorteilhafte Möglichkeit, das erfindungsgemäße Verfahren kontinuierlich in der Weise durchzuführen, daß man das Ausgangsmaterial in dünner Schicht zonenweise fortschreitend der Druckeinwirkung unterwirft.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann gerade auch in der zuletzt angesprochenen kontinuierlichen Ausgestaltung technisch sehr einfach durchgeführt werden, und

- zwar in bevorzugter Weise unter Anwendung eines Walzen-
paares, durch dessen Spalt man das Ausgangsmaterial
hindurch gibt. Nicht nur läßt sich hierbei der kleine
Abstand zwischen den festen Flächen durch entsprechende
Einstellung der Spalt-Weite auf den geforderten Wert
leicht realisieren, sondern es lassen sich auch die
übrigen zweckmäßigen Parameter der erfindungsgemäßen
Behandlung ohne weiteres einhalten. So hat die Dauer
der Druckeinwirkung bei Anwendung eines Walzenpaares
üblicher Konstruktion mit den üblichen Drehzahlen von
z. B. 60 min^{-1} ohne weiteres den geeigneten Wert. Die
gewünschte erhöhte Arbeitstemperatur kann durch übliche
Beheizung der Walzen erreicht werden.
- Die Spalt-Weite des eingesetzten Walzenpaares kann
auf den gewünschten - im allgemeinen möglichst nied-
rigen - Wert fest eingestellt sein in dem Sinne, daß
sich die Spalt-Weite während der Arbeit nicht ändert.
Die erzielbaren Ergebnisse dürften aber noch besser
sein, wenn man mit einem Walzenpaar arbeitet, dessen
Walzen mit Vorspannung soweit wie möglich aneinander-
gedrückt werden, wobei die eingestellte Spalt-Weite
einen Höchstwert darstellt, bis zu welchem die Walzen
auseinanderweichen können. Die Vorspannung wird zweck-
mäßigerweise durch Schwerkraft erzeugt.

Das Walzenpaar kann in üblicher Weise baulich durch
zwei nebeneinander angeordnete, zwischen ihren Außen-
seiten den Spalt bildende Walzen realisiert sein. Es
ist aber auch daran gedacht, mit einem Walzenpaar zu
arbeiten, bei welchem die eine Walze mit ihrer Außen-

seite an der Innenseite der trommelförmigen anderen Walze abrollt.

05 Es ist ein besonderer Vorzug des erfindungsgemäßen
Verfahrens und bestimmt entscheidend seinen praktischen
Wert, daß die für die wasserfeuchte Nitrocellulose
erreichte Schüttgewichtserhöhung auch bei Verdrängung
des Wassers durch Lösungsmittel erhalten bleibt, so
10 daß letztenendes lösemittelfeuchte Nitrocellulose mit
erhöhtem Schüttgewicht erzeugt werden kann. Hierzu
sind bei der Verdrängung des Wassers durch Lösemittel
keine besonderen Maßnahmen notwendig; vielmehr kann
die Verdrängung nach jeder bekannten Methode, sei es
kontinuierlich oder diskontinuierlich, erfolgen.

15 Die mit dem erfindungsgemäßen Verfahren erzielbare
Schüttgewichtserhöhung wird belegt durch folgende
Beispiele:

20 1.
Eine wasserfeuchte Nitrocellulose vom Typ 21 E (nach
DIN 53179) mit 12,2 % Stickstoff und 28 % Wasser wurde
durch das Walzenpaar eines Walzwerkes gegeben, bei
welchem die Spaltweite des Walzenpaares auf 0,05 mm
25 eingestellt war und die Walzen eine Temperatur von 80°
C hatten. Die derart behandelte Nitrocellulose hatte
ein Schüttgewicht von 460 g/l. Ihre Rieselfähigkeit war
gut. Vor der Behandlung betrug das Schüttgewicht 203
30 g/l.

- 7 -

2.

Die gemäß Beispiel 1 behandelte, noch wasserfeuchte Nitrocellulose wurde im üblichen technischen Verdrängungsverfahren in diskontinuierlicher Arbeitsweise isopropanolfeucht hergestellt. Die isopropanolfeuchte Nitrocellulose hatte ein Schüttgewicht von 435 g/l.

3.

Die gemäß Beispiel 1 behandelte Nitrocellulose wurde in kontinuierlicher Arbeitsweise isopropanolfeucht hergestellt. Diese isopropanolfeuchte Nitrocellulose hatte ein Schüttgewicht von 420 g/l.

4.

Eine wasserfeuchte Nitrocellulose vom Typ 34 E (nach DIN 53179) mit 12,2 % Stickstoff und 24 % Wasser wurde durch das Walzenpaar eines Walzwerkes gegeben, bei welchem die Spaltweite des Walzenpaares auf 0,05 mm eingestellt war und die Walzen eine Temperatur von 80° C hatten. Die so behandelte Nitrocellulose hatte ein Schüttgewicht von 630 g/l. Ihre Rieselfähigkeit war gut. Vor der Behandlung betrug das Schüttgewicht 345 g/l.

5.

Die gemäß Beispiel 4 behandelte, noch wasserfeuchte Nitrocellulose wurde im üblichen technischen Verdrängungsverfahren in kontinuierlicher Arbeitsweise isopropanolfeucht hergestellt. Die isopropanolfeuchte Nitrocellulose hatte ein Schüttgewicht von 640 g/l.

- 1 -

WNC-Nitrochemie GmbH

P 154 01 EP

05

A n s p r ü c h e

1.

- 10 Verfahren zum Herstellen von rieselfähiger Nitrocel-
lulose mit erhöhtem Schüttgewicht,
dadurch gekennzeichnet, daß man wasserfeuchte Nitrocel-
lulose mit einem Wassergehalt von mindestens 10 % oder
wäßrige Nitrocellulose-Pülpe mit einer Nitrocellulose-
15 konzentration von mindestens 5 % als Ausgangsmaterial
bei erhöhter Temperatur einer kurzzeitigen Druckeinwir-
kung zwischen zwei festen Flächen unterwirft, deren
gegenseitiger Abstand bei der Druckeinwirkung maximal
0,5 mm beträgt, ohne die Nitrocellulose hierbei voll-
20 ständig zu trocknen.

2.

- Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, daß man mit einem gegenseiti-
25 gen Abstand der festen Flächen von maximal 0,4 mm,
vorzugsweise maximal 0,2 mm und ganz bevorzugt maximal
0,05 mm arbeitet.

3.

- 30 Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,
dadurch gekennzeichnet, daß man bei einer Temperatur
zwischen 50° C und 90° C, bevorzugt bei ca. 80° C,
arbeitet.

35

4.

Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3,
dadurch gekennzeichnet, daß man mindestens eine der
beiden festen Flächen beheizt.

05

5.

Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4,
dadurch gekennzeichnet, daß man als Ausgangsmaterial
wasserfeuchte Nitrocellulose mit einem Wassergehalt von
24 bis 32 % oder eine wäßrige Nitrocellulose-Pülpe mit
einer Nitrocellulosekonzentration von 10 bis 20 % ein-
setzt.

10

6.

Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5,
dadurch gekennzeichnet, daß man das Ausgangsmaterial
durch den Spalt eines Walzenpaares schickt.

15

7.

Verfahren nach Anspruch 6,
dadurch gekennzeichnet, daß man mit einem Walzenpaar
arbeitet, dessen Walzen mit Vorspannung aneinanderge-
drückt werden und nur bis zu einer eingestellten Spalt-
Weite auseinanderweichen können.

20

25

8.

Verfahren nach Anspruch 7,
dadurch gekennzeichnet, daß man die Vorspannung durch
Schwerkraft erzeugt.

30

9.

Verfahren nach Anspruch 6, 7 oder 8,
dadurch gekennzeichnet, daß man mit einem Walzenpaar

35

arbeitet, bei welchem die eine Walze mit ihrer Außen-
seite an der Innenseite der trommelförmigen anderen
Walze abrollt.

05 10.

Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 9,
dadurch gekennzeichnet, daß man mit einer Drehzahl des
Walzenpaares zwischen 50 min^{-1} und 300 min^{-1} arbeitet.

10 11.

Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10,
dadurch gekennzeichnet, daß man die Nitrocellulose nach
der Druckeinwirkung in an sich bekannter Weise durch
Verdrängung in lösemittelfeuchte Nitrocellulose über-
15 führt.

20

25

30

35



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0084153

Nummer der Anmeldung

EP 82 11 1831

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 3)
X	DE-B-1 063 506 (DU PONT DE NEMOURS) * Patentansprüche *	1-11	C 08 B 5/04
X	US-A-3 057 012 (JAMES E. LUFKIN) * Spalte 2, Zeilen 10-37; Patentansprüche *	1-11	
X	DE-B-1 233 310 (WOLFF) * Patentanspruch *	1-11	
X	US-A-2 260 343 (JOSEPH K.H. SEIBERLICH) * Seite 2, Zeilen 30-43; Patentansprüche *	1-11	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 3)
			C 08 B
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 13-04-1983	Prüfer LENSEN H.W.M.
<p>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN</p> <p>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze</p> <p>E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</p>			

EPA Form 1503 03 82

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)